# PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7: (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/25881 B01D 3/40, 3/36 A1 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 11. Mai 2000 (11.05.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP99/07285

(22) Internationales Anmeldedatum: 1. Oktober 1999 (01.10.99)

(30) Prioritätsdaten:

198 49 651.6

29. Oktober 1998 (29.10.98) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): KRUPP UHDE GMBH [DE/DE]; Friedrich-Uhde-Strasse 15, D-44141 Dortmund (DE).

(72) Erfinder; und

- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): EMMRICH, Gerd [DE/DE]; Kamperfeld 21, D-45133 Essen (DE). KOLBE, Bärbel [DE/DE]; Albertstrasse 14, D-58452 Witten (DE). GEHRKE, Helmut [DE/DE]; Helmstrasse 22, D-45131 Essen (DE). ENNENBACH, Frank [DE/DE]; Windmühlenstrasse 39, D-45147 Essen (DE). RANKE, Uwe [DE/DE]; Dreilindenstrasse 73, D-45128 Essen (DE).
- (74) Anwalt: ALBRECHT, Rainer; Andrejewski, Honke & Sozien, Postfach 10 02 54, D-45002 Essen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

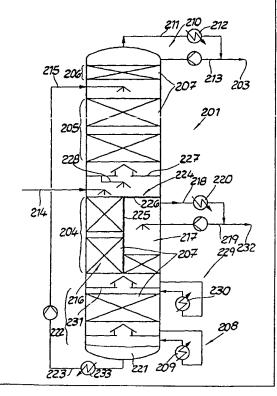
- (54) Title: RECTIFYING COLUMN FOR EXTRACTIVE DISTILLATION OF CLOSE-BOILING OR AZEOTROPIC BOILING **MIXTURES**
- (54) Bezeichnung: REKTIFIZIERKOLONNE FÜR DIE EXTRAKTIVDESTILLATION VON ENG- ODER AZEOTROP SIEDENDEN **GEMISCHEN**

#### (57) Abstract

The invention relates to a rectifying column for extractive distillation, comprising a column main section (204) and a raffinate section (205) above said main section, an evaporator (208) situated on the lower end of the column, an inlet (214) disposed between the main section of the column and the raffinate section and a solvent inlet (215) arranged on the top side of the raffinate section (205) for feeding an extracting agent. According to the invention, the main section (204) has two chambers (216, 217) connected in parallel. A stripping section (222) is disposed between the bottom of the column (221) and the main section (204), in which concentration of the extracting agent occurs from the top down. The bottom (221) is connected to the solvent inflow (215) by a device (223) for recycling the extracting agent.

#### (57) Zusammenfassung

Gegenstand der Erfindung ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation mit einem Kolonnenhauptabschnitt (204) und einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes, einer Verdampfungseinrichtung (208) am unteren Säulenende, mit einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion und mit einem Lösungsmittelzulauf (215) an der Oberseite der Raffinatsektion (205) für eine Extraktionsmittelaufgabe. Der Kolonnenhauptabschnitt (204) weist erfindungsgemäß zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) auf. Zwischen dem Kolonnensumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ist ein Kolonnenabtriebsteil (222) angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnensumpf (221) ist durch eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden.



## LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Senegal Swasiiand
ÁŽ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau		Tschad
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	-	TG	Togo
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	WIK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Republik Mazedonien Mali	TR	Türkei
BJ	Benin	IE	Irland	MN		TT	Trinidad und Tobago
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mongolei	UA	Ukraine
BY	Belarus	IS	Island	MW	Mauretanien	UG	Uganda
CA	Kanada	IT	Italien		Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	MX	Mexiko		Amerika
CG	Kongo	KE	Japan Kenia	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CH	Schweiz	KG		NI.	Niederlande	VN	Vietnam
CI	Côte d'Ivoire	KP	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CM	Kamerun	Ki	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CN	China	1710	Korea	PL	Polen		
CU	Kuba	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CZ		KZ	Kasachstan	RO	Rumānien		
DE	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DK	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

1

# Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen

- Die Erfindung betrifft eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit
- einem Kolonnenhauptabschnitt und einer Raffinat-10 sektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,
  - einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,
- einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,
- einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und
- einem Lösungsmittelzulauf an der Oberscite der Raf-25 finatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel.

Bekannte Anlagen für die Extraktivdestillation weisen neben der beschriebenen Kolonne eine weitere Rektifizier-kolonne auf, in der das aus der ersten Kolonne abgezogene Sumpfprodukt in reines Extraktionsmittel und einen reinen Produktstrom aufgetrennt wird (ULLMANN Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 2, 4. Auflage, Seite 511; EP-B 0 216 991). Das Extraktionsmittel fällt im Sumpf der

2

zweiten Kolonne an und wird dem Lösungsmittelzulauf der ersten Kolonne wieder zugeführt. Am Kopf der zweiten Kolonne wird ein reiner Produktstrom, im folgenden auch Extrakt genannt, abgezogen. Die im Rahmen der bekannten Maßnahmen für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels erforderliche zweite Kolonne weist einen als Auftriebsteil mit mehreren theoretischen Trennböden ausgelegten Kolonnenabschnitt oberhalb des Zulaufes, einen als Abtriebsteil ausgelegten Kolonnenschuß unterhalb des Zulaufes, eine Sumpfbeheizung sowie eine Anordnung am Kopf der Kolonne mit Produktabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Produktes auf.

Der Platzbedarf für die Aufstellung einer Anlage mit zwei Kolonnen einschließlich der dazu gehörenden Vorrohrung ist beachtlich und steht zuweilen nicht zur Verfügung, wenn sie in einer bereits vorhandenen Chemieanlage errichtet werden muß.

20

25

30

10

Aus DE-A-33 27 952 ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation bekannt, mit der die Trennung eines azeotropen Zweistoffgemisches in seine Einzelkomponenten möglich ist. Sie weist einen Kolonnenhauptabschnitt mit zwei parallel geschalteten Kammern auf, wobei eine Kammer oberseitig und unterseitig offen ist und als Abtriebsteil für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt werden kann. Die andere Kammer ist oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und lediglich unterseitig offen. An einem Seitenabzug dieser Kammer ist ein im wesentlichen extraktionsmittelfreies Produkt abziehbar. Der Kolonnensumpf am

3

unteren Säulenende ist ferner durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Rektifizierkolonne des aus DE-A-33 27 952 bekannten Aufbaus so weiter auszubilden, daß beide Kammern mit den für die Trennaufgaben erforderlichen Strippdampfmengen beaufschlagbar sind und das Extraktionsmittel mit hoher Reinheit aus dem Kolonnensumpf zum Lösungsmittelzulauf zurückgeführt werden kann.

Gegenstand der Erfindung und Lösung dieser Aufgabe ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

einem Kolonnenhauptabschnitt, der zwei parallel geschaltete Kammern aufweist,

20 einer Raffinatsektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,

25

15

einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,

4

einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und

einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

wobei eine Kammer des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten zur Verbesserung des Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit meh-10 reren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig 15 offen ist, Einbauten zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem Raum oberhalb der Einbauten Einrichtungen für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist, 20 und wobei der Kolonnensumpf am unteren Säulenende durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden ist und wobei erfindungsgemäß ferner folgende Merkmale verwirklicht sind:

Zwischen dem Kolonnensumpf und dem Kolonnenhauptabschnitt ist ein Kolonnenabtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt;

5

unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes ist ein gasdurchlässiger Fangboden angeordnet, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer zur Beheizung der aus den beiden Kammern des Kolonnenhauptabschnittes ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist;

- das aus dem Durchlauferhitzer austretende erhitzte Gemisch ist unterhalb des Fangbodens dem Abtriebsteil der Kolonne zuführbar.

10

5

Gemäß einer bevorzugten Ausführung der Erfindung erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf abgezogenen Extraktionsmittelstrom.

15

20

25

30

erfindungsgemäße Lehre reduziert die Extraktivdestillationsanlage auf eine einzige Kolonne, Kolonnenabschnitte für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels sowie für die Anreichung des Extraktes integriert sind. Das Extraktionsmittel wird oberhalb der Raffinatsektion aufgegeben. Ein Teil der Komponenten des Ausgangsgemisches geht bevorzugt als Extrakt in Lösung und wird von dem Extraktmittelstrom in der Raffinatsektion ausgewaschen. Der andere Teil des Ausgangsgemisches geht dampfförmig als Raffinat zum Kolonnenkopf. In der oberseitig und unterseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes wird der gelöste Raffinatanteil durch Dampfstrippung abgereichert. An der Unterseite dieser Kammer tritt ein Gemisch aus, welches im wesentlichen aus dem Extraktionsmittel und dem darin gelösten Extrakt besteht und zumeist nur noch Spuren des gelösten Raffinats enthält. In dem darunter angeordneten Kolonnenabtriebsteil

6

wird das Extrakt aus dem Extraktionsmittel durch Dampfstrippung abgetrieben. Ein Teilstrom der in der Kolonne aufsteigenden Dämpfe tritt in die unterseitig und oberseitig offene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein und strippt hier das Raffinat. Ein anderer Teilstrom tritt in zweite, oberseitig gegenüber dem Innenraum Kolonne geschlossene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein. In dieser Kammer, im folgenden auch Produktsektion genannt, wird das Extraktionsmittel, welches entsprechend dem Lösungsmittelpartialdruck zusammen mit den Produktdämpfen aufsteigt, durch Produktrückfluß abgereichert und mit dem Produktrückfluß in den Kolonnenabtriebsteil geführt. Im Sumpf der Kolonne fällt das Extraktionsmittel im wesentlichen in reiner Form an. Es wird gekühlt und dem Lösungsmittelzulauf oberhalb der Raffinatsektion wieder zugeführt.

15

Im Rahmen der Erfindung liegt es, daß der Kolonnenhauptabschnitt aus zwei selbständigen, im wesentlichen nebeneinander angeordneten Kolonnenschüssen besteht, die an 20 ihrem unteren Ende durch einen Verteiler Kolonnenabtriebsteil angeschlossen sind. Vorzugsweise ist Kolonnenhauptabschnitt jedoch als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffinatsektion bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnen-25 abtriebsteil eingebaut ist und einen Einsatz enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer bildet. Der Einsatz kann zylindrisch ausgebildet und mittig angeordnet sein. Konstruktiv einfacher und bevorzugt ist jedoch eine 30 Lösung, bei der der Einsatz aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand sowie einer Ab-

7

deckung, die an die Trennwand und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht. Die Trennwand teilt den Querschnitte des Kolonnenschusses in zwei Sektionen. Die Aufteilung der Sektionen richtet sich nach der erforderlichen Aufteilung des aufsteigenden Dampfes auf die beiden Kammern.

Zwischen der Raffinatsektion und dem Kolonnenhauptabschnitt ist zweckmäßig ein gasdurchlässiger Fangboden für Flüssigkeit vorgesehen, wobei an den Fangboden ein Flüssigkeitsverteiler angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten der oberseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes aufgibt.

Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne kann oberhalb der Raffinatzone einen Kolonnenabschnitt zur Raffinatreinigung aufweisen, der sich von dem Lösungsmittelzulauf bis zum Kopf der Kolonne erstreckt und üblicherweise mehrere theoretische Trennstufen aufweist.

20

10

Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ermöglicht eine Extraktivdestillation auf engem Raum. Dies ist z.B. vorteilhaft, wenn in einer bestehenden Chemieanlage unter beengten Platzverhältnissen eine zusätzliche Extraktivdestillationsanlage zur Erweiterung der Produktionskapazitäten errichtet werden muß. Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne nicht nur einen wesentlich geringeren Platzbedarf erfordert als eine nach dem Stand der Technik ausgebildete Anlage mit zwei Kolonnen, sondern auch der Energiebedarf bei gleicher Durchsatzkapazität, Produktreinheit und

8

Produktausbeute deutlich sinkt. Dies wird anhand der nachfolgenden Ausführungsbeispiele deutlich.

Im folgenden wird die Erfindung anhand einer lediglich ein Ausführungsbeispiel darstellenden Zeichnung erläutert. Es zeigen

- Fig. 1 zunächst ein Anlagenschema nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden Gemischen,
  - Fig. 2 eine erfindungsgemäße Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation,
- 15 Fig. 3 eine weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne.

Eine Anlage nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden Gemischen besteht aus zwei miteinander verschalteten 20 Kolonnen 101, 102 (Fig. 1). Die erste Kolonne 101, in der ein Kopfprodukt 103 in reiner Form abgetrennt wird, weist von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 104, eine Raffinatsektion 105 sowie einen Kolonnenabschnitt 106 für die Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenabschnitte 25 enthalten Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. in Form von Strukturpackungen. Die Einbauten 107 bilden jeweils mehrere theoretische Trennstufen. Am unteren Säulenende 30 ist eine Verdampfungseinrichtung 108 mit im Ausführungsbeispiel zwei übereinander angeordneten Durchlaufverdampfern 109 vorgesehen. Der Kolonnenkopf weist eine

9

Anordnung 110 mit Raffinatabzug 111, Kondensator 112 sowie eine Einrichtung 113 für eine Teilrückführung des im Kondensator 112 verflüssigten Raffinats auf.

Ein zu trennendes Kohlenwasserstoffgemisch, Gemisch aus Aromaten/Nichtaromaten, Olefinen/Paraffinen oder Olefinen/Paraffinen/Diolefinen, wird zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 104 und der Raffinatsektion 105 angeordneten Zulauf 114 der Kolonne zugeführt. Ein Extraktionsmittel, z.B. ein polares Lösungs-10 mittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen, wird über einen Lösungsmittelzulauf 115 an der Oberseite der Raffinatsektion 105 aufgegeben. Am Kopf der Kolonne wird bzw. aromatenolefin/diolefinarmes Kopfprodukt (Raffinat) dampfförmig abgezogen, in dem Kondensator 112 15 mit Wasser kondensiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensats wird zurück auf die Kolonne 101 gegeben und dient dort zur Rückwaschung von Spuren des Extraktionsmittels, welches gemäß seinem Partialdruck die Kolonne 101 mit dem Raffinat verläßt. Die Dämpfe, welche sowohl 20 zur Verdampfung des Raffinats als auch Strippung der Verunreinigungen im Unterteil der Kolonne benötigt werden mittels der elektrisch beheizten Verdampfer 109 erzeugt. Im Sumpf der Kolonne 101 fällt ein Gemisch an, welches im wesentlichen aus dem Extraktions-25 mittel und Aromaten, Olefinen oder Diolefinen besteht. Das Sumpfgemisch wird über eine Leitung 116 in die zweite Kolonne 102, im folgenden Stripperkolonne genannt, geleitet. Die Stripperkolonne 102 weist einen Auftriebsteil 30 117 oberhalb des Zulaufes 116 sowie einen Abtriebsteil 118 unterhalb des Zulaufes 116 auf und enthält ebenfalls Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches, z.B.

10

Strukturpackungen. Die Stripperkolonne 102 ist mit einer Sumpfbeheizung 119 ausgerüstet und weist eine kopfseitige Anordnung 120 auf, um dampfförmiges Kopfprodukt abzuziehen, zu kondensieren und einen Teil des Kopfproduktes in die Kolonne 102 zurückzuführen. Die Sumpfbeheizung 119, die z.B. aus zwei Zwangsdurchlaufverdampfern besteht, verdampft das abzutrennende Kohlenwasserstoffprodukt und einen Teil des Extraktionsmittels. Die Dämpfe verlassen die Kolonne über eine Leitung 121, werden in einen nachgeschalteten Kondensator 122 mit Wasser kondensiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensates wird über eine Rückflußleitung 123 der Kolonne 102 wieder aufgegeben und dient dort zur Rückwaschung von Extraktionsmittelspuren. Der Rest wird über eine Leitung 124 als Reinprodukt abgegeben. Das abgetriebene Extraktionsmittel wird am Sumpf der Stripperkolonne 102 abgezogen, in einem Wärmetauscher 125 mit Wasser auf eine für die Extraktivdestillation notwendige Temperatur heruntergekühlt und über eine Extraktionsmittelrückführung 126 wieder in die erste Kolonne 101 zurückgeführt.

10

15

20

25

30

Die in Fig. 2 dargestellte erfindungsgemäße Rektifizier-kolonne 201 weist ebenfalls von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 204, eine Raffinatsektion 205 sowie oberhalb der Raffinatsektion einen Kolonnenabschnitt 206 zur Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenabschnitte 204, 205, 206 enthalten Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. Strukturpackungen. Am unteren Säulenende ist eine Verdampfungseinrichtung 208 mit mindestens einem Verdampfer 209 vorgesehen. Am Kopf der Kolonne erkennt man eine Anordnung 210 mit Raffinatabzug 211,

11

Kondensator 212 sowie eine Einrichtung 213 für eine Teilrückführung des im Kondensator 212 verflüssigten Raffinats. Das zu trennende Stoffgemisch, z.B. ein Aromaten/Nichtaromatengemisch, Olefin/Paraffingemisch oder Olefin/Paraffin/Diolefingemisch, wird über eine Zulauf 214 zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 204 und der Raffinatsektion 205 aufgegeben. Die Zugabe von Extraktionsmittel erfolgt durch einen Lösungsmittelzulauf 215 an der Oberseite der Raffinatsektion 205. Insoweit entspricht der Aufbau der Rektifizierkolonne 201 dem Stand der Technik.

10

Erfindungsgemäß weist der Kolonnenhauptabschnitt 204 zwei parallel geschaltete Kammern 216, 217 auf. Eine Kammer 216 ist oberseitig und unterseitig offen, enthält Ein-15 bauten 207 zur Verbesserung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase und ist als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt. Die andere Kammer 217 ist oberseitig geschlossen 20 und unterseitig offen. Sie enthält ebenfalls Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampfund Flüssigphase. In einem Raum oberhalb der Einbauten 207 sind Einrichtungen für den dampfförmigen Produktabzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Extraktes 25 sowie den Rückfluß eines in einem Kondensator 220 verflüssigten Produktteilstromes vorgesehen. Erfindungsgemäß ferner zwischen dem Kolonnensumpf 221 Kolonnenhauptabschnitt 204 ein Kolonnenabtriebsteil 222 angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkon-30 zentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnenabtriebsteil 222 enthält Einbauten 207, die mehrere

12

theoretische Trennstufen bilden. Der Kolonnensumpf 221 ist durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung 223 mit dem Lösungsmittelzulauf 215 verbunden.

Der Kolonnenhauptabschnitt 204 ist als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffinatsektion 205 bildenden Kolonnenabschnitt Kolonnenabtriebsteil 222 eingebaut ist und einen Einsatz 224 enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer 217 10 bildet. Der Einsatz 224 besteht im Ausführungsbeispiel aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand 225 sowie einer Abdeckung 226, die an die Trennwand 225 und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist. Oberhalb des Kolonnenhaupt-15 abschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger Fangboden 227 für Flüssigkeit angeordnet. Die auf dem Fangboden 227 sich sammelnde Flüssigkeit wird über einen Flüssigkeitsverteiler 228 auf die Einbauten 207 der oberseitig offen 20 Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 aufgegeben, und zwar zusammen mit dem Ausgangsgemisch, welches über den Zulauf 214 zugeführt wird.

Zwischen dem Kolonnenabtriebsteil 222 und dem Kolonnenhauptabschnitt 204 ist eine Einrichtung 229 zur Beheizung
der aus den beiden Kammern 216, 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ablaufenden Flüssigkeit angeordnet. Sie
weist einen Durchlauferhitzer 230 auf. Unterhalb des
Kolonnenhauptabschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger
Fangboden 231 mit einem an den Durchlauferhitzer 230
angeschlossenen Flüssigkeitsablauf angeordnet. Das aus
dem Durchlauferhitzer 230 austretende erhitzte Gemisch

13

ist unterhalb des Fangbodens 231 dem Abtriebsteil 222 der Kolonne zuführbar.

obere Kolonnenabschnitt 206, der sich von dem Der Lösungsmittelzulauf 215 bis zum Kopf der Kolonne 201 erstreckt, dient der Raffinatreinigung. Flüssiges Rücklaufraffinat wird am Kopf aufgegeben, wobei im Stoffaustausch mit dem aufsteigenden Dampf Extraktionsmittelreste aus dem Dampfstrom abgeschieden werden. Am unteren Ende dieses Kolonnenabschnittes 206 fällt ein mit Extrak-10 tionsmittel beladenes Raffinat flüssig an, welches mit dem über den Lösungsmittelzulauf 215 zugeführten Extraktionsmittel gemischt und in die Raffinatsektion 205 eingeleitet wird. Die an der Unterseite der Raffinat-15 sektion 205 ablaufende Flüssigkeit wird zusammen mit dem zu trennenden Aufgabegemisch 214 auf die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216, welche den Abtriebsteil des Kolonnenhauptabschnittes 204 bildet, aufgegeben. Die aus dem Abtriebsteil 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 20 unterseitig austretende Flüssigkeit besteht im wesentlichen aus Extraktionsmittel und dem mit dem Extraktionsmittel mitgeführten Extrakt, z.B. Aromaten, Olefinen, Diolefinen. Sie wird mit dem aus der zweiten Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 unterseitig austretenden Flüssigkeit, die einen geringeren Extraktionsmittelgehalt 25 aufweist, gemischt und nach Wärmezufuhr mittels der Einrichtung 229 in den sich unterseitig anschließenden Kolonnenabtriebsteil 222 eingeleitet. Durch Stoffaustausch mit aufsteigendem Dampf fällt ein Sumpfprodukt an, 30 welches aus im wesentlichen reinen Extraktionsmittel besteht. Der aus dem Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigende, mit Extrakt angereicherte Dampf tritt in einem Teilstrom

14

in die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ein und dient hier Strippung des Raffinats. Der andere Teil durchströmt die oberseitig geschlossene Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204, wobei im Stoffaustausch mit flüssigem Kopfprodukt 219 Extraktionsmittelreste aus dem Dampf abgetrennt werden. Ein im wesentlichen reiner Extraktdampf wird am oberen Ende der Kammer 217 mittels der Leitung 218 abgezogen und im Kondensator 220 verflüssigt. Ein Teilstrom wird über die Rückflußleitung 219 der 10 Kolonne 201 wieder aufgegeben, der andere Teil in der Produktleitung 232 abgeführt. Das am unteren Säulenende im wesentlichen in reiner Form anfallende Extraktionsmittel wird durch einen dem Kolonnensumpf zugeordneten Verdampfer 209 geführt, wobei ein Teilstrom 15 verdampft wird und als Dampf in den Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigt. Aus dem Kolonnensumpf 221 wird flüssiges Extraktionsmittel abgezogen, in einem Wärmetauscher 233 mit Kühlwasser auf die für die Trennaufgabe notwendige 20 Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittelzulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

Bei der in Fig. 3 dargestellten Ausführung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers 230 im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf 221 abgezogenen Extraktionsmittelstrom. In einem nachgeschalteten Wärmetauscher 233 wird das flüssige Extraktionsmittel anschließend weiter auf die für die Trennaufgabe notwendige Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittelzulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

25

Für die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ergeben sich vielfältige Einsatzmöglichkeiten. Als Aufgabeprodukt können Fraktionen des vollhydrierten Pyrolysebenzins, katalytischen Reformates oder druckraffiniertem Kokereibenzols eingesetzt werden. C₄-Fraktionen von crackern oder FCC-Crackern können zur Gewinnung Butadien und/oder Butenen eingesetzt werden.  $C_5$ -Fraktionen von Steamcrackern oder FCC-Crackern können mittels der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne Isopren und/oder Piperylen gewonnen werden. Mit Hilfe polarer 10 Lösungsmittel als Extraktionsmittel können C<sub>6</sub>-Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol hochreines Benzol gewonnen werden. Aus  $C_6/C_7$ -Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokerei-15 benzol lassen sich hochreines Benzol und Toluol mit Nitrierqualität unter Verwendung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne gewinnen. Aus  $C_6/C_7/C_8$ -Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol, sind mittels der erfindungsgemäßen 20 Rektifizierkolonne hochreines Benzol, Toluol mit Nitrierqualität und  $C_8$ -Aromaten darstellbar. Aus der  $C_8$ -Fraktion von Rohpyrolysebenzin kann schließlich Styrol mit Polymerisationsqualität gewonnen werden. Als Extraktionsmittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffen eignen sich 25 polare Lösungsmittel. In der Praxis bewährte Extraktionsmittel für Extraktivdestillationen, die auch beim Betrieb erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne zum kommen können, sind Sulfolan, N-Methylpyrollidon, 30 methylacetamid, Acetonitril, Dimethylsulfoxid, Dimethylformamid, Ethylenglykole sowie Mischungen der vorstehend genannten Stoffe. Als Extraktionsmittel können ferner

16

Morpholin bzw. N-substituierte Morpholine, ggf. auch in Mischungen mit den vorstehend genannten Extraktionsmitteln, verwendet werden. Schließlich kann den genannten Extraktionsmitteln auch Wasser zugesetzt werden.

5

#### Vergleichsversuche

Mit der in Fig. 1 dargestellten Anlage und der in Fig. 2 dargestellten Rektifizierkolonne wurden Vergleichsversuche durchgeführt. Die beiden Kolonnen 101, 102 der nach dem Stand der Technik gemäß Fig. 1 ausgebildeten Anlage besaßen einen Durchmesser von jeweils 72 mm und enthielten Strukturpackungen. Die Packungshöhe in der ersten, extraktiv arbeitenden Destillationskolonne 101 betrug insgesamt 5,5 m mit folgender Aufteilung der Strukturpackungen:

Kolonnenhauptabschnitt (104): 3 m Packungshöhe Raffinatsektion (105): 2 m Packungshöhe

20 Kolonnenabschnitt (106) oberhalb der Raffinatzone:

0,5 m Packungshöhe.

Die Stripperkolonne 102 enthielt eine Strukturpackung mit einer Gesamthöhe von 3 m, wobei 1 m Packungshöhe auf den 25 Abtriebsteil 118 und 2 m Packungshöhe auf den Auftriebsteil 117 entfielen.

Die erfindungsgemäß entsprechend der Fig. 2 ausgebildete Rektifizierkolonne 201 besaß ebenfalls einen Kolonnendurchmesser von 72 mm und war mit Strukturpackungen ausgerüstet, die auf die Kolonnenabschnitte wie folgt aufgeteilt waren: 17

	Kolonnenabtriebsteil (222):	1 m Packungshöhe
	Abtriebsteil des Kolonnen- hauptabschnittes (216):	3 m Packungshöhe
5	Parallele Kammer (217) des Kolonnenhauptabschnittes:	2 m Packungshöhe
	Raffinatsektion (205):	2 m Packungshöhe
	Oberer Kolonnenabschnitt (206) zur Raffinatreinigung:	0,5 m Packungshöhe.

10

## Beispiel 1:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem  $C_6$ -Schnitt aus vollhydriertem Pyrolysebenzin. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	0,04	Gew%
	Cyclopentan	3,49	Gew%
	C <sub>6</sub> -Paraffine	14,34	Gew%
20	Methylcyclopentan	10,15	Gew%
	Benzol	63,02	Gew%
	Cyclohexan	3,93	Gew%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	3,49	Gew%
	Dimethylcyclopentane	1,34	Gew%
25	Methycyclohexan	0,20	Gew%
	Toluol	<0,01	Gew%
	Summe	100,00	Gew%

Als selektives Lösungsmittel wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der

Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die Produktreinheit fordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 16,3 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

Beispiel 1		I	·II
Aufgabemenge	kg/h	3,49	3,50
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	12,00	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	1,32	1,31
Raffinatrückfluß	kg/h	0,65	0,66
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	2,17	2,19
Produktrückfluß	kg/h	1,09	0,55
Heizleistung für die Kolonne 101	W	394	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	M	566	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	960	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		804
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäßen Kolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnenschaltung	f		16,3
Benzolausbeute	8	99,3	99,4
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	68	69
- Toluol	ppm	7	6
- Lösungsmittel	ppm	<1	<1

## Beispiel 2:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol und Toluol 5 mit Nitrierqualität aus einem C<sub>7</sub>-Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	18,70	Gew%
10	C <sub>5</sub> -Olefine	0,65	Gew%
	Cyclopentan	0,39	Gew%
	C <sub>6</sub> -Paraffine	2,13	Gew%
	C <sub>6</sub> -Olefine	0,01	Gew%
	Methycyclopentan	0,05	Gew%
15	Benzol	8,40	Gew%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	14,75	Gewક
	C <sub>7</sub> -Olefine	0,10	Gew%
	C <sub>7</sub> -Naphthene	0,15	Gew%
	C <sub>8</sub> -Paraffine	0,70	Gew%
20	C <sub>8</sub> -Naphthene	0,04	Gew%
	Toluol	53,27	Gew%
	C <sub>8</sub> -Aromaten	0,63	Gew%
	C <sub>9</sub> -Paraffine	0,03	Gew%
25	Summe	100,00	Gew%

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende

30 Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in der Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der

erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Aufgetragen sind die Stoffströme, die Heizleistung sowie die Zusammensetzung des an der Produktleitung 124 bzw. 232 abgezogenen Aromatenproduktes. Bei nahezu identischen Werten für die Benzolausbeute, die Toluolausbeute und die Zusammensetzung des Aromatenproduktes ermöglicht die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne eine deutliche Senkung der Heizleistung um 17,9 %.

Beispiel 2		I	II
Aufgabemenge	kg/h	5,59	5,59
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	14,00	14,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	2,11	2,10
Raffinatrückfluß	kg/h	1,05	1,05
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	3,49	3,48
Produktrückfluß	kg/h	0,77	0,79
Heizleistung für die Kolonne 101	W	556	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	707	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1263	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	w		1037
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnen- schaltung	&		17,9

In einer nachgeschalteten fraktionierenden Destillation kann das Reinaromatenprodukt in Reinbenzol und Toluol mit Nitrierqualität aufgetrennt werden.

#### Beispiel 3:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem  $C_6$ -Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	12,06	Gew%
	Cyclopentan	0,11	Gew%
10	C <sub>6</sub> -Paraffine	48,74	Gew%
	Methylcyclopentan	0,91	Gew%
	Benzol	28,53	Gew%
	Cyclohexan	0,69	Gew%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	8,81	Gew%
15	Dimethylcyclopentane	0,09	Gew%
	1-Heptene	0,06	Gew%
	Toluol	20	ppm
	Summe	100,00	Gew%

20

25

30

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angegeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die Produktreinheit erfordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 29,2 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der

Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

Beispiel 3		ı	II.
Aufgabemenge	kg/h	<del></del>	
		5,21	5,20
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	11,98	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	3,73	3,73
Raffinatrückfluß	kg/h	1,86	1,85
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	1,48	1,50
Produktrückfluß	kg/h	1,92	0,28
Heizleistung für die Kolonne 101	W	725	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	495	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1220	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	w		864
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnen- schaltung	8		29,2
Benzolausbeute	ક	99,5	99,5
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	4	6
- Toluol	ррт	8	70
- Lösungsmittel	maa	<1	<1

WO 00/25881

23

#### Patentansprüche:

1. Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

5

10

einem Kolonnenhauptabschnitt (204), der zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) aufweist,

einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung (208) am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer (209),

- einer Anordnung (210) am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug (211), Kondensator (212) und einer Einrichtung (213) für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,
- einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt (204) und der Raffinatsektion (205) für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und
- einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

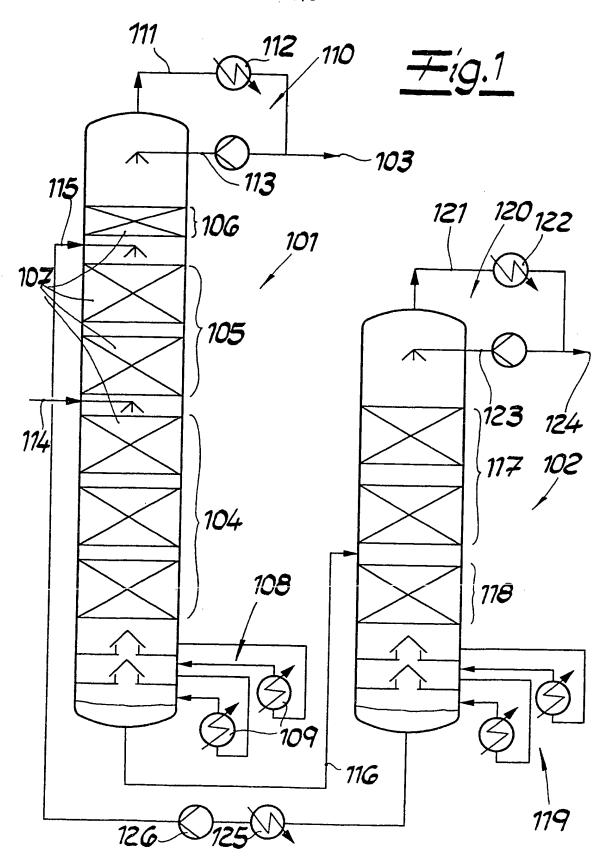
wobei eine Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Verbesserung des Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer (217) oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem Raum oberhalb der Einbauten (207) Einrichtungen (218, 10 219) für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist, wobei der Kolonnensumpf (221) am unteren Säulenende durch 15 eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden ist, durch gekennzeichnet, daß zwischen dem Kolonnensumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt ein Kolonnenabtriebsteil (222)mit mehreren theoretischen Trennstufen angeordnet ist, in dem von oben 20 nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt, wobei unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes (204) ein gasdurchlässiger Fangboden (231) angeordnet ist, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer (230) zur Beheizung der aus den beiden Kammern (216, 217) 25 des Kolonnenhauptabschnittes (204) ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist, und wobei das aus dem Durchlauferhitzer (230) austretende erhitzte Gemisch unterhalb des Fangbodens (231) dem Abtriebsteil (222) der Kolonne 30 zuführbar ist.

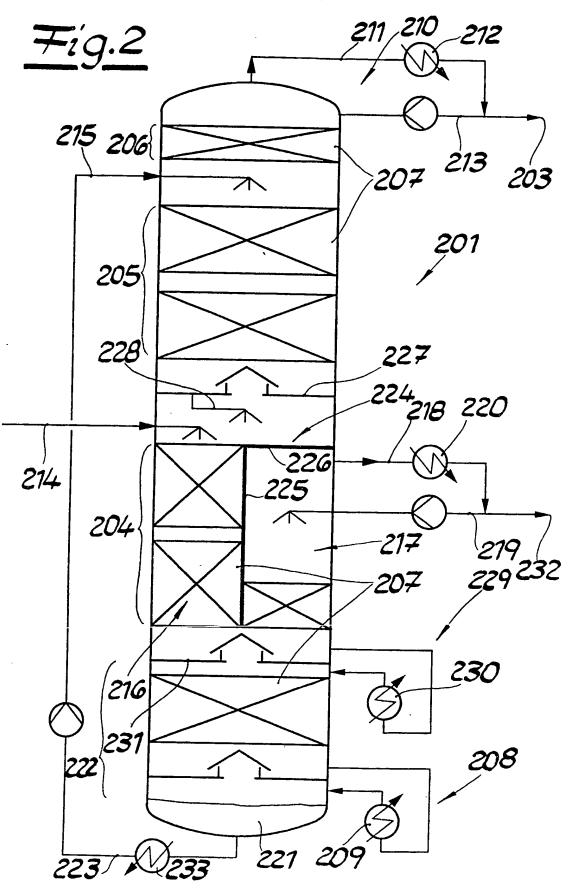
2. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Beheizung des Durchlauferhitzers (230) im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf (221) abgezogenen Extraktionsmittelstrom erfolgt.

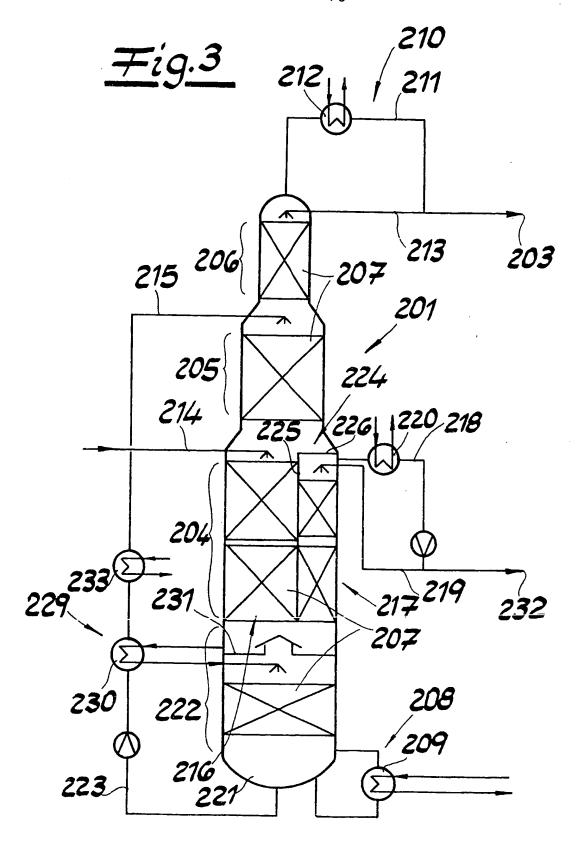
5

- 3. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kolonnenhauptabschnitt (204) als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet ist, der zwischen einem die Raffinatsektion (205) bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnenabtriebsteil (222) eingebaut ist und einen Einsatz (224) enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer (217) bildet.
- Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
   dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (224) aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand (225) sowie einer Abdeckung (226), die an die Trennwand (225) und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht.
- Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Raffinatsektion (205) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ein gasdurch-lässiger Fangboden (227) für Flüssigkeit angeordnet ist, wobei an den Fangboden (227) ein Flüssigkeitsverteiler (228) angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten (207) der oberseitig offenen Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes (204) aufgibt.

Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb der Raffinatzone (205) ein Kolonnenabschnitt (206) mit mehreren theoretischen Trennstufen zur Raffinatreinigung angeordnet ist, der sich von dem Lösungsmittelzulauf (215) bis zum Kopf der Kolonne erstreckt.







# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No PCT/EP 99/07285

A. CLAS	SIFICATION OF SUBJECT MATTER		21/61 99/0/285
IPC 7	B0103/40 B0103/36		
According	to International Patent Classification (IDC)		
B. FIELD	to International Patent Classification (IPC) or to both national S SEARCHED	classification and IPC	
Minimum o	documentation searched (classification system followed by cl	assification symbols	
IPC 7	B01D C07C	assince tion symbols)	
Document	ation searched other than minimum documentation to the exte	ent that such documents are included	in the distance
		The state of the s	in the fields searched
Electronic	data base consulted during the international search (name of	I data b	
	S S S S S S S S S S S S S S S S S S S	odala base and, where practical, sear	ch terms used)
			·
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of		
	Wildle appropriate, o	or the relevant passages	Relevant to claim No.
Ą	EP 0 684 060 A (BASF)		
	29 November 1995 (1995-11-29)	)	1
	claims; figures		
4	EP 0 133 510 A (BASF)		
	27 February 1985 (1985-02-27)		1
	claims; figures		
	& DE 33 27 952 A		
	cited in the application		
\	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN		
	vol. 199, no. 803.		1
	27 February 1998 (1998-02-27)		
	& JP 09 299701 A (KYOWA YUKA HEAVY IND LTD),	KK; SUMITOMO	
į	25 November 1997 (1997-11-25)		
	abstract		
		-/	
<u> </u>			
	er documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family member	rs are listed in annex.
	egories of cited documents :	"T" later document published a	fter the international (iii
documen conside	nt defining the general state of the art which is not red to be of particular relevance		conflict with the application but nciple or theory underlying the
earlier do filing da	cument but published on or after the international	invention "X" document of particular relev	
documen	Which may throw doubte on priority, plainted an	Calliol De Considered nova	rance; the claimed invention el or cannot be considered to when the document is taken alone
CHARIOTT	cited to establish the publication date of another or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relev	rance: the claimed invention
011101 1116		document is combined with	VOIVe an inventive step when the
document later that	t published prior to the international filing date but n the priority date claimed	in the att.	peing obvious to a person skilled
	dual completion of the international search	"&" document member of the se	
		and or maining or the interi	idional search report
	February 2000	21/02/2000	
me and ma	illing address of the tSA  European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer	
	NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni,		
	Fax: (+31-70) 340-3016	Cordero Alva	rez M

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No
PCT/EP 99/07285

.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	PCT/EP 99/07285
ategory "	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	US 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) 23 August 1994 (1994-08-23) claims; figures	1
A	DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12 June 1997 (1997-06-12) claims; figure 3	1
A	US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6 May 1975 (1975-05-06) claims; figure	1
A	GB 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM CORPORATION) 12 July 1967 (1967-07-12) claims; figure 1	1
4	US 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) 19 November 1968 (1968-11-19) claim 1; figure	1
1	US 2 366 360 A (W.L.SEMON) 2 January 1945 (1945-01-02) figures	1

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Inte onal Application No

Patent document cited in search report		Publication Patent family date member(s)		Publication date	
EP 684060	Α	29-11-1995	DE 4418488 A AT 187350 T DE 59507363 D JP 8038802 A	30-11-1995 15-12-1999 13-01-2000 13-02-1996	
EP 133510	Α	27-02-1985	DE 3327952 A CA 1222717 A JP 60075304 A	14-02-1985 09-06-1987 27-04-1985	
JP 09299701	Α	25-11-1997	NONE		
US 5339648	A	23-08-1994	BR 9402432 A CA 2125893 A CN 1099472 A DE 69402274 D DE 69402274 T EP 0638778 A ES 2099510 T JP 7060003 A	14-03-1995 06-02-1995 01-03-1995 30-04-1997 04-09-1997 15-02-1995 16-05-1997	
DE 19545915	Α	12-06-1997	NONE		
US 3881994	A	06-05-1975	BR 7502197 A CA 1057222 A DE 2515282 A ES 436431 A FR 2267134 A GB 1500519 A IN 145047 A IT 1037220 B JP 50141577 A	10-02-1976 26-06-1979 16-10-1975 01-01-1977 07-11-1975 08-02-1978 19-08-1978 10-11-1979	
GB 1075208	Α		NONE		
US 3412016	A	19-11-1968	NONE		
US 2366360	<b></b>	02-01-1945	NONE		

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter anales Aktenzeichen
PCT/FP 99/07285

			101/21 33/0/203			
A. KLASS IPK 7	ifizierung des anmeldungsgegenstandes B0103/40 B0103/36					
Nach der In	nternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Kla	assifikation und der IPK				
B. RECHE	RCHIERTE GEBIETE					
IPK 7	erter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymb B01D C07C	,				
	erte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, s					
	er internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (f	Name der Datenbank ur	ind evtl. verwendete Suchbegriffe)			
	ESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN					
Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angab	oe der in Betracht komme	nenden Teile Betr. Anspruch Nr.			
A	EP 0 684 060 A (BASF) 29. November 1995 (1995-11-29) Ansprüche; Abbildungen		1			
А	EP 0 133 510 A (BASF) 27. Februar 1985 (1985-02-27) Ansprüche; Abbildungen & DE 33 27 952 A in der Anmeldung erwähnt		1			
А	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 199, no. 803, 27. Februar 1998 (1998-02-27) & JP 09 299701 A (KYOWA YUKA KK; HEAVY IND LTD), 25. November 1997 (1997-11-25) Zusammenfassung	SUMITOMO	1			
	-	-/				
X Weite	ere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu ehmen	X Siehe Anhang	) Patentiamilie			
"A" Veröffer aber ni "E" älteres (	e Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : ntlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, icht als besonders bedeutsam anzusehen ist Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen detatum veröffentlicht veröffen.	Anmeldung nicht ko	chung, die nach dem internationalen Anmeldedatur sdatum veröffentlicht worden ist und mit der kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der leliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegende n ist			
"L" Veröffen scheine andere soll ode ausgef	Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung betegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)  "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfind entlichen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichung betegt werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfind ausgeführt)  "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfind entlichen zu lassen, oder durch die verden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfind entlich ung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfind kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet					
P" Veröffer	ntlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, enufzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht ntlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach eanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	Veröffentlichungen diese Verbindung fü	n dieser Kategoñe in Verbindung gebracht wird und für einen Fachmann naheliegend ist ie Mitglied derselben Patentfamilie ist			
	Abschlusses der internationalen Recherche		s internationalen Recherchenberichts			
	0. Februar 2000	21/02/20				
Name und P	ostanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Bevollmächtigter Be	Sediensteter			
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Cordero	Alvarez, M			

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte onales Aktenzeichen
PCT/EP 99/07285

	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	•
(ategorie <sup>3</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komme	nden Teile Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) 23. August 1994 (1994-08-23) Ansprüche; Abbildungen	1
4	DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12. Juni 1997 (1997-06-12) Ansprüche; Abbildung 3	1
4	US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6. Mai 1975 (1975-05-06) Ansprüche; Abbildung	1
Ą	GB 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM CORPORATION) 12. Juli 1967 (1967-07-12) Ansprüche; Abbildung 1	1
4	US 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) 19. November 1968 (1968-11-19) Anspruch 1; Abbildung	1
4	US 2 366 360 A (W.L.SEMON) 2. Januar 1945 (1945-01-02) Abbildungen	1
	e de la companya de La companya de la companya del companya de la companya del companya de la co	
	·	
İ		

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur seiben Patentfamilie gehören

Inte males Aktenzeichen
PCT/EP 99/07285

Im Recherchenbericht	Datum der		99/0/205
ngeführtes Patentdokument	Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 684060 A	29-11-1995	DE 4418488 A AT 187350 T DE 59507363 D JP 8038802 A	30-11-1995 15-12-1999 13-01-2000 13-02-1996
EP 133510 A	27-02-1985	DE 3327952 A CA 1222717 A JP 60075304 A	14-02-1985 09-06-1987 27-04-1985
JP 09299701 A	25-11-1997	KEINE	
US 5339648 A	23-08-1994	BR 9402432 A CA 2125893 A CN 1099472 A DE 69402274 D DE 69402274 T EP 0638778 A ES 2099510 T JP 7060003 A	14-03-1995 06-02-1995 01-03-1995 30-04-1997 04-09-1997 15-02-1995 16-05-1997 07-03-1995
DE 19545915 A	12-06-1997	KEINE	
US 3881994 A	06-05-1975	BR 7502197 A CA 1057222 A DE 2515282 A ES 436431 A FR 2267134 A GB 1500519 A IN 145047 A IT 1037220 B JP 50141577 A	10-02-1976 26-06-1979 16-10-1975 01-01-1975 07-11-1 08-02-1 19-08-1978 10-11-1979 14-11-1975
GB 1075208 A		KEINE	
US 3412016 A	19-11-1968	KEINE	<del></del>
US 2366360 A	02-01-1945	KEINE	